

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-350122

(43)公開日 平成11年(1999)12月21日

(51)Int.Cl.⁶
C 2 3 C 14/34
14/14

識別記号

F I
C 2 3 C 14/34
14/14

A
D

審査請求 未請求 請求項の数7 FD (全5頁)

(21)出願番号 特願平10-170501

(22)出願日 平成10年(1998)6月4日

(71)出願人 000231109
株式会社ジャパンエナジー
東京都港区虎ノ門二丁目10番1号

(72)発明者 中村 祐一郎
茨城県北茨城市華川町白場187番地4株式
会社ジャパンエナジー磯原工場内

(72)発明者 久野 真
茨城県北茨城市華川町白場187番地4株式
会社ジャパンエナジー磯原工場内

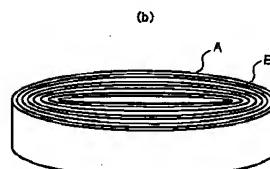
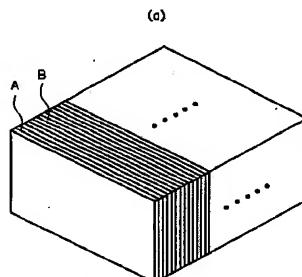
(74)代理人 弁理士 倉内 基弘 (外1名)

(54)【発明の名称】 スパッタリングターゲット

(57)【要約】

【課題】 ターゲット構成元素を合金化せずに、合金若しくは金属間化合物を模擬するターゲットを得ること。

【解決手段】 各厚みが $500\mu\text{m}$ 以下である、2種類以上の金属シート若しくは箔A、Bがスパッタ面に垂直に重ねられ、隣り合う金属シート若しくは箔は拡散接合されていることを特徴とするスパッタリングターゲット。金属シート若しくは箔を交互に重なるように継状に並置し若しくは同心状乃至渦巻き状に巻回した状態で金属カプセル内に充填した後、拡散接合部の拡散層が $20\mu\text{m}$ 以下であるようH I P処理する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 各厚みが $500\mu\text{m}$ 以下である、2種類以上の金属シート若しくは箔がスパッタ面に垂直に重ねられ、隣り合う金属シート若しくは箔は拡散接合されていることを特徴とするスパッタリングターゲット。

【請求項2】 各厚みが $500\mu\text{m}$ 以下である、2種類以上の金属シート若しくは箔がスパッタ面に垂直に重ねられ、隣り合う金属シート若しくは箔は拡散接合されており、そしてスパッタ面の各金属シート若しくは箔の面積割合を目標とする合金乃至金属間化合物の組成範囲に適合させたことを特徴とするスパッタリングターゲット。

【請求項3】 拡散接合部の拡散層が $20\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする請求項1乃至2に記載のスパッタリングターゲット。

【請求項4】 酸素含有量が 100ppm 以下であることを特徴とする請求項1～3いずれか一項に記載のスパッタリングターゲット。

【請求項5】 金属シート若しくは箔が、Ni、Al、Cuを含む延性金属から選択された2種以上であることを特徴とする請求項1～4いずれか一項に記載のスパッタリングターゲット。

【請求項6】 スパッタ面における2種類以上の金属シート若しくは箔が織状に並置した状態若しくは同心状乃至溝巻き状に巻回した状態にある請求項1のスパッタリングターゲット。

【請求項7】 各厚みが $500\mu\text{m}$ 以下である、2種類以上の金属シート若しくは箔を交互に重なるように織状に並置し若しくは同心状乃至溝巻き状に巻回した状態で金属カプセル内に充填した後、拡散接合部の拡散層が $20\mu\text{m}$ 以下であるようHIP処理することを特徴とするスパッタリングターゲットの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、スパッタリングターゲットの製造方法に関するものであり、特に2種類以上の金属シート若しくは箔がスパッタ面に垂直に重ねられ、隣り合う金属シート若しくは箔は拡散接合していることを特徴とするスパッタリングターゲットに関する。

【0002】

【従来の技術】2種類以上の金属元素で構成された合金もしくは金属間化合物ターゲットが多く用いられるようになってきたが、合金組成によっては、非常に硬く、かつ、脆いものも少なくない。従って、ターゲットが高価になってしまうだけでなく、複雑な形状をしたもののは作製できることもある。さらに、スパッタ成膜中のターゲットの割れによるトラブルも少なくはない。

【0003】高融点の合金は、合成することが難しく、構成元素の混合粉を用いての粉末法をによりスパッタリ

ングターゲットを作製する場合も多いが、ターゲット内の偏析が生じることも少なくない。さらに、原料粉に吸着あるいは化合物となって生じたガス成分（特に、酸素）が、最終的にスパッタリングターゲットのガス成分の含有量の増加をもたらし、酸素によるスパッタ膜の特性劣化も問題となってきた。

【0004】さらに、合金化されたターゲットは、合金の特性によるスパッタリング条件の制約を受けてしまい、良好な品質の膜を作製できないことも生じている。すなわち、合金化することで、電気的特性、磁気的特性、結晶構造等が変化する可能性があり、合金化によって、スパッタリング条件に制約をもたらしてしまう可能性がある。

【0005】複数の構成元素のプレートもしくはブロックを織状に若しくは放射状に並べて全体として目標組成のターゲットとするモザイクターゲットは知られている。しかしながら、従来のモザイクターゲットは、個々の構成元素のプレートもしくはブロックが大きいため、互いの接合が困難であり、また構成元素の分散性が良くないため、スパッタ膜の組成が必ずしも一様でなく、問題点を残している。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記の欠点を解決したものであり、スパッタリングターゲットのガス成分が少なく、合金化しないことでスパッタリング条件にも幅を持たすことができるようになり、更には、従来の膜より良好な品質のスパッタ膜を作製することを可能とするスパッタリングターゲットを提供することを課題とする。更に、本発明の課題は、難加工合金の形成を避けることで加工性を向上し、複雑な形状をした高密度のスパッタリングターゲットを提供することも可能とする技術を確立することである。つまり、本発明は、ターゲット構成元素を合金化せずに、分散性を改善して合金若しくは金属間化合物を模擬するターゲットを得ることを課題とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者は、構成元素の組成に対応して、厚みに調整した金属シート若しくは箔を原材料とし、各金属シート若しくは箔は、スパッタリングターゲットの面内での均一分布を考慮して、最大 $500\mu\text{m}$ までの厚みのものを選択することにより、素材としての金属シート若しくは箔の特性を生かしたまま、合金若しくは金属間化合物を模擬するスパッタリングターゲットを構成することができるを見いたした。

【0008】かくして、本発明は、各厚みが $500\mu\text{m}$ 以下である、2種類以上の金属シート若しくは箔がスパッタ面に垂直に重ねられ、隣り合う金属シート若しくは箔は拡散接合されていることを特徴とするスパッタリングターゲットを提供するものである。特定的には、本発明は、各厚みが $500\mu\text{m}$ 以下である、2種類以上の金

属シート若しくは箔がスパッタ面に垂直に重ねられ、隣り合う金属シート若しくは箔は拡散接合されており、そしてスパッタ面の各金属シート若しくは箔の面積割合を目標とする合金乃至金属間化合物の組成範囲に適合させたことを特徴とするスパッタリングターゲットを提供する。

【0009】好ましくは、拡散接合部の拡散層が $20\mu\text{m}$ 以下であり、酸素含有量が 100ppm 以下であり、金属シート若しくは箔が、Ni、Al、Cuを含む展延性金属から選択された2種以上とされる。スパッタ面における2種類以上の金属シート若しくは箔が継続的に並置した状態若しくは同心状乃至渦巻き状に巻回した状態とされる。

【0010】本発明はまた、各厚みが $500\mu\text{m}$ 以下である、2種類以上の金属シート若しくは箔を交互に重なるように継続的に並置し若しくは渦巻き状に巻回した状態で金属カプセル内に充填した後、拡散接合部の拡散層が $20\mu\text{m}$ 以下であるようHIP処理することを特徴とするスパッタリングターゲットの製造方法をも提供するものである。

【0011】

【発明の実施の形態】原材料は、Ni、Al、Cu、Au、Ag等の展延性金属の、各厚みが $500\mu\text{m}$ 以下の、好ましくは $300\mu\text{m}$ 以下の2種類以上の金属シート若しくは箔である。これら原材料は、スパッタリングターゲットの不純物スペックを満たしたものであり、特に、酸素成分は、 100ppm 以下のものを用いることが好ましい。

【0012】原材料の金属シート若しくは箔は、ターゲット面内で均一に構成元素が分布されるように継続的に並置した状態若しくは同心状乃至渦巻き状に巻回した状態で、金属カプセル内に充填し、真空脱ガス後シールされる。このカプセルをHIP (Hot Isostatic Pressing) 処理することで構成元素界面を拡散接合する。HIP条件は構成元素によって異なるが、構成元素の拡散層を $20\mu\text{m}$ 以下に抑えられる条件を選択することが好ましい。これは、各構成元素の特性を、合金化せずに、そのまま生かすためである。

【0013】このようにして得たシートを重ねられた母材は、図1 (a) 及び (b) に示すように、構成元素A及びBの領域がほとんどそのままであり、拡散層がほとんど存在しないため、合金ターゲットよりも加工性に優れている。すなわち、素材としての金属シート若しくは箔の特性を生かしたまま、合金若しくは金属間化合物を模擬するスパッタリングターゲットが得られる。従って、どのような形状のスパッタリングターゲットにも対応することができ、スパッタ成膜中の割れも低減する。さらに、粉末に比べて、原材料のガス成分含有量が少ないと、このスパッタリングターゲットは、ガス成分の含有量を低減し、酸素量にして 100ppm 以下を実現

することができる。

【0014】

【実施例】以下、実施例に基づいて説明するが、本発明は実施例に限定されるものではない。

(実施例1) 原料として、3Nグレードで酸素含有量 50ppm 以下のNiシート($t=0.2\text{mm}$)とAlシート($t=0.3\text{mm}$)を用意した。Al製のカプセルにNiシートとAlシートを交互に重なるように充填し、EB溶接法を用いて真空封止した。HIP条件は、温度を 525°C 、圧力を 1500kgf/cm^2 の条件で3時間の保持を行った。このようにして得られた母材を機械加工して直径 $20.3\text{mm} \times 6.35\text{mm} \times 8\text{mm}$ の板状スパッタリングターゲットを得た。得られたスパッタリングターゲットのNiとAlの拡散接合部の拡散層の厚さは $10\mu\text{m}$ 以下であった。

【0015】(実施例2) 原料として、3Nグレードで酸素含有量 50ppm 以下のNiシート($t=0.2\text{mm}$)とAlシート($t=0.3\text{mm}$)を用意した。NiシートとAlシートを交互に重なるよう図2のように渦巻き状に巻回した状態にしてA1製のカプセル内に配置し、EB溶接法を用いて真空封止した。HIP条件は、温度を 525°C 、圧力を 1500kgf/cm^2 の条件で3時間の保持を行った。このようにして得られた母材を機械加工して直径 50.8mm 、厚さ 5mm の円盤状スパッタリングターゲットを得た。得られたスパッタリングターゲットのNiとAlの拡散接合部の拡散層の厚さは $10\mu\text{m}$ 以下であった。

【0016】(比較例1) 純Niと純Alとを 1700°C で溶解し合金化した後、鋳造してNi-A1合金インゴットを作製した。この合金インゴットを機械加工し、直径 152.4mm 、厚さ 5mm の円盤状Ni-A1合金スパッタリングターゲットとした。

【0017】(比較例2) 純Ni粉末と純Al粉末とを原料として、粉末焼結法によって温度 1500°C 、圧力 150kgf/cm^2 で焼結を行い、Ni-A1合金焼結体を作製した。これを機械加工し、直径 152.4mm 、厚さ 5mm の円盤状Ni-A1合金スパッタリングターゲットとした。

【0018】(比較例3) 純Niインゴットと純Alインゴットを機械加工し、角度 30° の扇形状の純Niプレート及び純Alプレートを交互に組み合わせ放射状に配置した、直径 152.4mm 、厚さ 5mm の円盤状モザイクターゲットを作製した。NiプレートとAlプレートの境界部は拡散接合した。

【0019】[結果] 実施例及び比較例のターゲットについて、ターゲット中の酸素量およびターゲット密度を測定した。また、それぞれのターゲットを作製するのに要した時間、加工歩留まり、機械加工時の割れの有無を調べた。さらに、ターゲットを用いてマグネットロンスパッタリング試験を行い、得られた薄膜の構成元素の均一

性及びスパッタの際のターゲットの割れの有無について
表1に示した。

*【0020】

*【表1】

	実施例1	実施例2	比較例1	比較例2	比較例3
製造方法	シートを拡散接合(織上に並置)	シートを拡散接合(渦巻き状に並置)	溶解法	粉末法	モザイクターゲット
ターゲットの酸素量(ppm)	<50	<50	<50	500~2000	<50
ターゲット密度(%)	>99	>99	>99	>95	>99
加工時間(Hr)	2		10	8	2
加工歩留まり(%)	70		40	50	80
機械加工時の割れの有無	無	無	有	有	無
薄膜構成元素の均一性	○	○	○	○	×
スパックの際の割れの有無	無	無	有	有	無

【0021】(密度及び酸素含有量)本発明のN i 箔とA 1 箔とが拡散接合されているスパッタリングターゲットは、密度99%以上、酸素含有量50ppm未満であり、従来の溶解法やモザイクターゲットと同程度に低い酸素含有量のものであった。これに対して、粉末焼結法による合金ターゲットでは、500~2000ppmと酸素含有量は高いものしか得られなかつた。

【0022】(機械加工性)本発明のN i 箔とA 1 箔とが拡散接合されているスパッタリングターゲットは、材質が純N i と純A 1 になっているため、旋盤加工機、フライス加工機、マシニングセンター等による刃物での加工が可能であった。また、段付き形状品等も問題なく加工ができ、エッヂのカケも見られなかつた。さらに、エッヂ部のR加工、C面取り加工も容易に行うことが可能であった。これに対して、従来の溶解法・粉末法による合金ターゲットの加工では、平面研削機での研磨による面追い加工とワイヤーカットによる切断によってターゲット形状としていた。段付き形状品や中央部への段付き穴開け品等は非常に難しい加工であり、エッヂ部のカケを生ずる確率が非常に大きかつた。また、本発明のターゲットは加工歩留まりも従来の溶解法・粉末法による合金ターゲットに比べ高い値を示した。従つて、従来の合金ターゲットと比較して加工時間が短縮され、加工自体も容易であるため加工コストを低減することができた。

【0023】(スパッタリング特性)本発明のN i 箔とA 1 箔とが拡散接合されているスパッタリングターゲットを用いてスパッタリングを行い形成した薄膜中の構成元素(N i とA 1)の均一性をEPMAによって測定した。その結果、本発明のターゲットを用いた場合には、※

20※従来の合金ターゲットを用いた場合ほどではなかったものの、モザイクターゲットを使用した場合に比べればむろに均一性に優れたものであった。また、従来の合金ターゲットの場合、スパッタパワーを大きくした場合にターゲットが割れる場合があったが、本発明のターゲットの場合には、スパッタパワーを大きくしてもターゲットに割れが生じることはなかった。

【0024】

【発明の効果】以上説明したように、本発明のスパッタリングターゲットは、各構成元素のシート若しくは箔を重ねたスパッタリングターゲットであるため、合金化されたスパッタリングターゲットと比較して、加工が容易であり、複雑な形状への対応も可能となる。また、高密度でしかも酸素含有量100ppm以下を実現し、粉末法で作製した高酸素品を用いる場合よりも低酸素の良好な膜を得ることが可能であり、また、モザイクターゲットを用いる場合に比べ構成元素の均一性に優れた膜を得ることが可能である。また、合金化することで変化する電気的特性や磁気的特性、結晶構造等に依存してスパッタリング条件に制約を受ける場合もあるが、本発明の場合は、この問題も少なく、幅広い条件でスパッタリングを行うことを可能とし、より最適な成膜条件を得ることを可能とする。

【図面の簡単な説明】

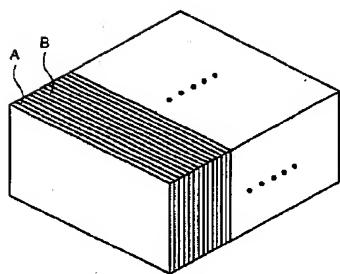
【図1】本発明に従つて製造されたスパッタリングターゲットの形態を示す斜視図であり、(a)は綺状そして(b)は同心状の形態を示す。

【符号の説明】

A、B 構成元素シート若しくは箔

【図1】

(a)



(b)



PAT-NO: JP411350122A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 11350122 A
TITLE: SPUTTERING TARGET
PUBN-DATE: December 21, 1999

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
NAKAMURA, YUICHIRO	N/A
KUNO, AKIRA	N/A

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
JAPAN ENERGY CORP	N/A

APPL-NO: JP10170501

APPL-DATE: June 4, 1998

INT-CL (IPC): C23C014/34 , C23C014/14

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a target which imitates an alloy or an intermetallic compound without alloying constituting elements of the target.

SOLUTION: Two or more kinds of metal sheet or metal foil A, B, each with $\leq 500 \mu\text{m}$ thickness, are superposed vertically to a face of sputtering and

neighboring sheets or foils are diffusion joined. Metal sheets or foils are charged in a metal capsule in a state either located to alternatingly superpose each other like stripes, or concentricly or spirally wound, and subsequently HIP treated so as to make the diffusion layer of the diffusion joined part to be $\leq 20 \mu\text{m}$ thickness.

COPYRIGHT: (C)1999, JPO